

**ESTUDIO PRELIMINAR DEL PROCESO DE NITRURACIÓN
DE ACEROS CON ALTO CONTENIDO DE NÍQUEL**

Daniel Codorniú Pujals

Dpto de Física de los Metales. Universidad Central

Dr. Alexei V. Belotski

Cátedra de Física de los Metales

Instituto Politécnico de Kiev, URSS

Leandro Botana Beltrán

Dpto. de Física General. Universidad Central

RESUMEN

Se estudian los resultados de la nitruración de dos tipos de aceros especiales que contienen más de 20% en peso de níquel y están además aleados con aluminio, titanio y niobio.

El análisis metalográfico y la difracción de Rayos X demuestran que bajo determinadas condiciones se obtienen capas nitruradas de espesor apreciable que poseen valores elevados de la microdureza y que por consiguiente, pueden justificar la nitruración en este tipo de acero.

Se constatan además diferencias en los resultados obtenidos para muestras que poseen diferentes estados fásicos iniciales, lo cual se logra aprovechando la transformación martensítica directa e inversa que tienen lugar en este sistema.

ABSTRACT

The results of nitriding of two different alloy steels which contain more than 20% weight of nickel and are also alloyed with aluminium, titanium and niobium Metalographic analysis and X-Ray diffraction show that under certain conditions, we can obtain layers of nitriding with considerable thickness and high values of microhardness which may justify application of this kind of steel.

Differences in the results obtained in samples with different initial phase-states, which we get using direct and inverse martensitic transformation that takes place in this system were reported.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años se ha estado trabajando en la fabricación de aceros especiales sobre la base del sistema Fe-Ni, con el objetivo de utilizar la transformación martensítica inversa que exhibe el mismo en el logro de altas propiedades mecánicas (1,2).

Es de suponer que el estado defectuoso que presenta la red de la austenita obtenida después de un ciclo $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ conduzca a la elevación de los coeficientes de difusión de los elementos intersticiales en el metal, por la gran posibilidad de utilización de las líneas de dislocaciones y otros defectos como vías efectivas del movimiento migratorio de los átomos. Esta circunstancia, unida a la necesidad de elevar las propiedades superficiales (dureza, resistencia al desgaste, etc.) de los aceros en los que se logra el endurecimiento fásico mediante el ciclo de transformaciones martensíticas directa e inversa, han conducido a la idea de estudiar la difusión superficial del nitrógeno en este tipo de acero y analizar de esta forma sus posibilidades de nitruración en gran escala.

Las características de dureza necesarias en las capas difundidas no estarían garantizadas por la sola presencia del níquel, que como se sabe no forma nitruros en estos casos (3); sin embargo dichas características pueden obtenerse perfectamente gracias a pequeñas adiciones de elemen-

tos formadores de nitruros como el Ti, Al y Nb. La presencia de estos elementos introduce por otra parte, interesantes fenómenos de envejecimiento, tanto en la martensita como en la austenita.

El presente trabajo es por tanto, un primer reporte de los resultados obtenidos en la nitruración de estos aceros, con dos métodos de saturación diferentes y sobre todo con dos estados fásicos esencialmente distintos al inicio de la nitruración: austenítico y martensítico.

MATERIALES Y MÉTODOS

Los aceros utilizados en este estudio tienen la siguiente composición química: el que llamaremos 6534 contiene menos del 0,04% de C, 22,2% Ni, 0,1% Al, 0,17% Nb y 2,65% Ti. El otro acero que designaremos como 6539 se diferencia del anterior solamente en el contenido de Al que en este caso es de 2,1%.

Las aleaciones fueron fundidas en barras, las cuales fueron homogeneizadas y posteriormente laminadas en chapas de las cuales se prepararon muestras planas alargadas con dimensiones 35 x 3 x 0,5 mm.

Las muestras del acero 6534 eran fundamentalmente austeníticas, mientras que las del 6539 eran austenito-martensíticas. Una parte de las muestras se enfrió en nitrógeno líquido, con lo que se obtuvieron estructuras con un 80% ó

más de martensita. El acero 6534 tanto en estado austenítico como martensítico fue nitrurado por el método de calentamiento eléctrico en la cámara especial descrita en (5) utilizando una atmósfera de amoníaco y a las temperaturas de 550, 600 y 750°C. Además, un grupo de muestras de este acero fueron nitruradas a 500°C por el método de horno tradicional, utilizando para ello un horno mufla al cual se le adaptó una caja de nitruración especialmente construída.

El acero 6539 fue nitrurado solamente en horno a la temperatura de 500°C.

Después de nitruradas las muestras fueron analizadas por Rayos-X en el difractómetro del equipo TUR-61M con radiación de hierro.

Para el análisis metalográfico, las muestras fueron cortadas por su parte media y pulida mecánicamente su sección transversal, después de lo cual fueron atacadas con Nital al 4%.

Las microfotografías se tomaron con una cámara de 24 X 36 mm en el microscopio metalográfico NEOPHOT-21.

La microdureza se midió en el equipo Microduromet "Leitz", tomando huellas en diferentes líneas de la sección transversal.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN:

Los resultados más significativos del presente trabajo

son los obtenidos en la nitruración del acero 6534 por el método eléctrico. La nitruración en horno de este propio acero y del 6539 se utilizan como puntos de comparación.

En la tabla 1 se pueden observar los parámetros fundamentales de las muestras nitruradas en la cámara de altas temperaturas. Con respecto a ellos se pueden destacar los siguientes aspectos: En todas las muestras que se nitruran con estado inicial austenítico, la fase γ forma parte de la capa nitrurada, sin embargo ésta prácticamente no aparece en las capas de las muestras nitruradas desde el estado martensítico. Esto es un índice de que cada fase γ presente en la capa es remanente desde el inicio del proceso y no es una fase que se forma en el proceso de nitruración.

La fase γ' (Fe_4N) está presente en mayor o menor grado en todas las muestras y en la mayoría de los casos es el constituyente fundamental de las capas más superficiales.

La fase ϵ se encontró solamente a 550°C -6h para muestras nitruradas desde el estado austenítico y en las muestras tratadas en frío a 600°C -4h. Esto último es significativo, ya que a esta temperatura está ocurriendo la transformación $\alpha \rightarrow \gamma$ pero es probable que al existir todavía martensita, ésta favorezca la formación de ϵ según la secuencia de transformaciones que se observa en la nitruración del hierro ($\alpha \rightarrow \gamma' \rightarrow \epsilon$ o bien $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \epsilon$) (3).

A primera vista parece que las muestras que parten del

estado inicial martensítico por debajo de la temperatura de inicio de la transformación inversa (As), siguen la secuencia $\alpha \rightarrow \gamma'$; sin embargo la presencia de γ en muestras nitruradas a 6h, tanto de 6534 como de 6539, en muchos casos mayoritaria, indica que es más razonable suponer que el nitrógeno hace descender As y que por consiguiente, en las capas superficiales se produce la transformación inversa $\alpha \rightarrow \gamma$, y que después γ' se forma a partir de γ .

El comportamiento del acero 6539 nitrurado en horno encaja bien con los razonamientos anteriores, aunque en este caso hay siempre martensita en el estado inicial. No obstante hay una tendencia a que predomine γ' sobre γ en aquellas muestras que contienen mayor % de martensita.

Es importante comparar los resultados obtenidos para dos muestras nitruradas en las mismas condiciones de tiempo y temperatura (750°C -3h) pero con diferentes estados iniciales. El espesor de la capa nitrurada es de 150μ para el estado inicial austenítico (A) y de 100μ para el estado inicial martensítico (M). Sin embargo, la fase γ' es mayoritaria en la capa superficial para el estado (M), mientras que es minoritaria en el (A). (Ver Fig. 1). Esto puede explicarse mediante el siguiente razonamiento: La muestra con estado inicial martensítico al ser calentada sufre la transformación inversa $\alpha \rightarrow \gamma$, pero este proceso se produce simultáneamente con la difusión, por lo que es

probable que una parte de la fase en la capa superficial sufra la transformación $\alpha \rightarrow \gamma'$ y después se produzca además la transformación $\gamma \rightarrow \gamma'$. Las zonas de γ' que se forman de α en las primeras etapas de nitruración constituyen embriones que no están presentes en la muestra en estado (A).

Desde el punto de vista de las propiedades de las capas, los mejores resultados se obtuvieron en la 6534 nitrurada en la cámara de altas temperaturas en los tratamientos de 550°C 6h desde el estado austenítico (Fig. 2 y Fig. 3); 750°C-3h desde el mismo estado (Fig. 4 y Fig. 5), así como con 750°C-3h desde el estado martensítico (Fig. 6 y Fig. 7). Este primer tratamiento es de los realizados, el que arrojó mejores propiedades por presentar un tamaño aceptable de capa con una dureza elevada a lo largo de la misma ($> 1000 \text{ Kg/mm}^2$ en las primeras capas) y propiedades aceptables de la matriz.

La nitruración en horno de este mismo acero, aunque arrojó resultados semejantes en cuanto a fases presentes, tamaños de capa, etc., no permitió lograr propiedades de dureza semejante a las obtenidas en la nitruración por calentamiento eléctrico.

En nuestro criterio, las diferencias fundamentales están dadas por las distintas condiciones de enfriamiento después de la nitruración.

En la nitruración del acero 6539, aunque no se lograron grandes espesores de capas, se obtuvieron algunos resultados aceptables. Véanse por ejemplo, los resultados de la nitruración a 500°C-3h en estado austenítico (Figs. 8 y 9) y en estado martensítico (Figs. 10 y 11).

No se pudo correlacionar los valores de la dureza con la presencia y proporción de γ' , sin embargo es característico que las mayores durezas obtenidas coinciden con la aparición en los patrones correspondientes de una línea que corresponde al valor $\frac{d}{n} = 2,11$. Este valor coincide con el de la línea más intensa del compuesto TiN, que indudablemente debe estar presente en nuestras capas, dada la gran capacidad del titanio para formar nitruros.

Por último deseamos señalar que en nuestro caso se corrobora lo planteado en (5) acerca de que los elementos aleantes aumentan la zona de homogeneidad de γ' . En varias de las muestras se obtuvieron por R-X, parámetros de la red para esta fase, aumentados con respecto a la red Fe_4N del sistema binario Fe-N.

CONCLUSIONES

1. Se demuestra la posibilidad de obtener buenas propiedades superficiales mediante la nitruración de aceros especiales austeníticos y austenito-martensíticos con alto contenido de níquel, aleados con pequeñas cantidades de elementos formadores de nitruros.

2. Se obtuvieron las mejores propiedades en la nitruración por calentamiento eléctrico del acero 6534 a 550°C durante 6 horas en estado austenítico y en el propio acero tratado previamente en nitrógeno líquido, con saturación de 3 horas a 750°C.
3. Se puso de manifiesto la influencia del estado inicial de fase en el resultado de la nitruración, en aquellos aceros que tienen la misma fase durante el transcurso de la misma. Esto pone en evidencia la suposición inicial acerca de la influencia que debe tener en el proceso difusivo la diferencia entre la austenita original y la obtenida después del ciclo $\delta \rightarrow \alpha \rightarrow \delta$.

BIBLIOGRAFÍA

1. Gorbach V.G. Informe de investigación. Instituto de Metalofísica. Academia de Ciencias de Ucrania, URSS (1972).
2. Kokorin V.V., Gorbach V.G., Samsonov YuI, Gunko L.P. Metaloviedienie i termicheskaya obrabotka metalov, No. 11, 32 (1979).
3. Lajtin Yu.M., Kogan Ya.D. Azotirovanie stali Mashinostraienie. URSS. (1976).

1. Zemtsova N.D., Malishev K.A. Memorias de la Conferencia Internacional de transformación martensítica - 77, págs. 238 - 242, URSS, (1977).
2. Belotski A.V., Pajarenko O.G. Bisokotemperaturnaya rentgerenografía protsessov termicheskoi obrabotki metalov, K.P.I., URSS (1979).

TABLA 1

(ALEACIÓN 6534.- NITRURACIÓN EN CÁMARA DE ALTAS TEMPERATURAS)

ESTADO AUSTENÍTICO		ESPESOR DE LA CAPA (m)		FASES PRESENTES EN LA CAPA SUPERFICIAL		MICRODUREZA (kg/mm ²)	
TEMPERATURA	TIEMPO	DE LA CAPA	DE LA CAPA SUPERFICIAL	MAX.	MIN.	METAL BASE	METAL BASE
550C	6h	120	$\epsilon, \delta', \delta$	1050	700	400	400
550C	3h	20	δ, δ'	700	700	300	300
750C	3h	150	δ, δ'	1000	600	400	400
ESTADO MARTENSÍTICO							
500C	6h	25	δ'	450	450	300	300
600C	4h	50	δ', ϵ	450	450	300	300
750C	3h	100	δ', δ	1000	800	500	500
750C	2h	25	δ	1000	1000	350	350

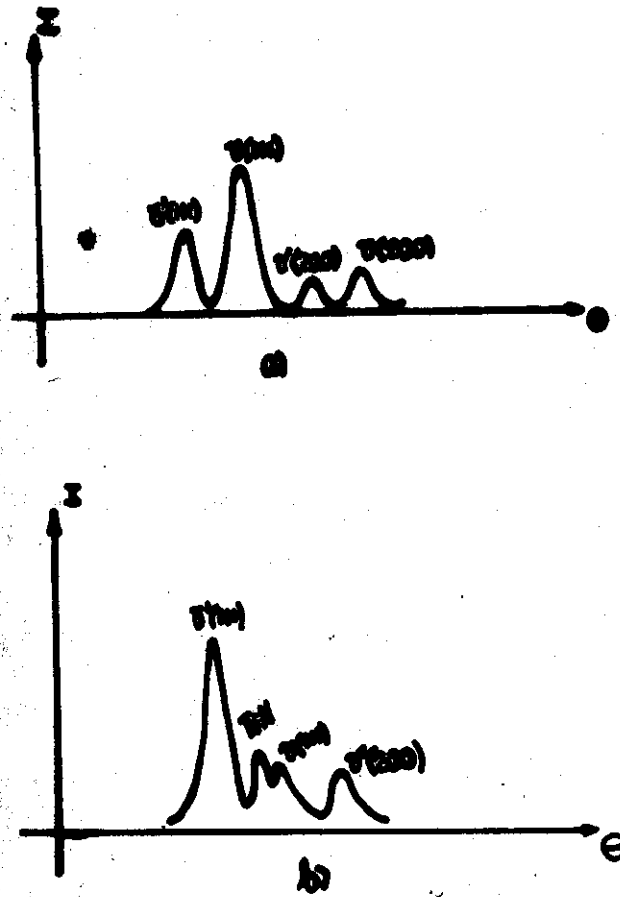


Fig. 1. Comparación de los patrones de difracción de R-X del acero 6534 nitrurado a 750°C durante 3 horas
 a) estado inicial austenítico
 b) estado inicial martensítico

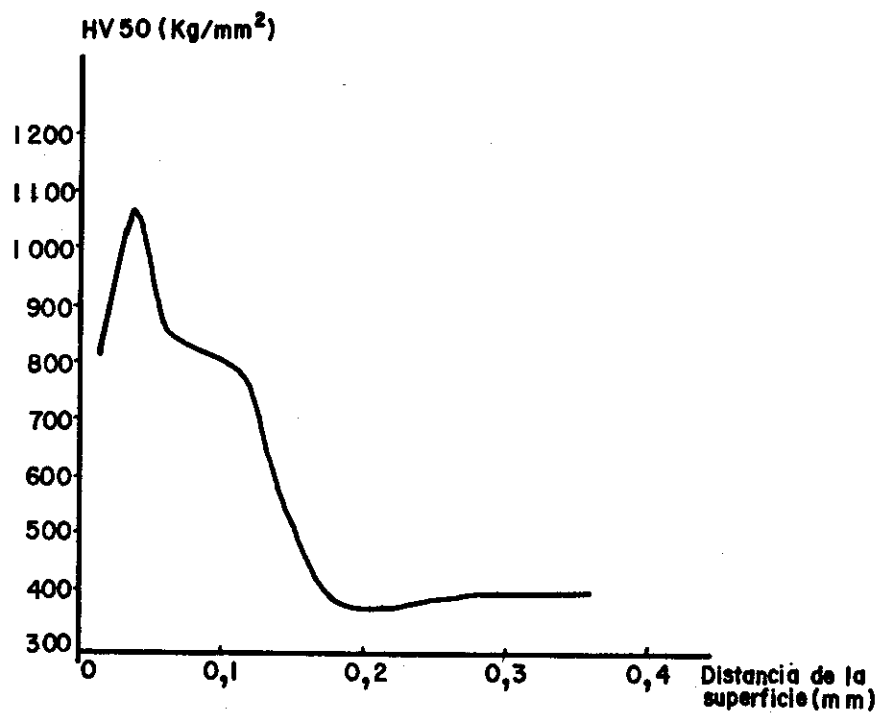


Fig. 2. Variación de la microdureza a partir de la superficie.

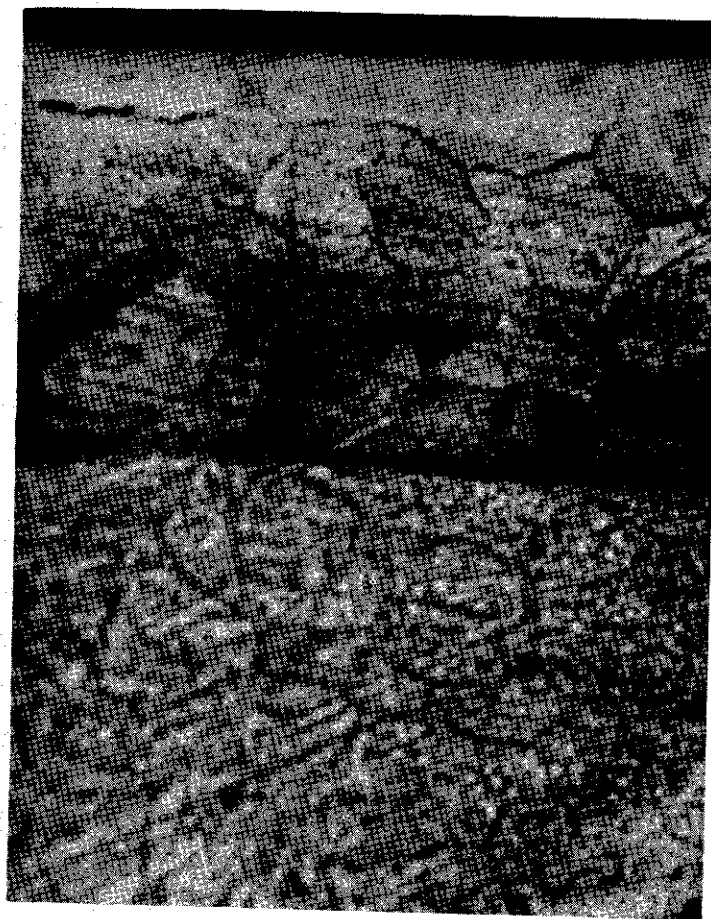


Fig. 3. 6534 6 horas 550°C Mn = 63X

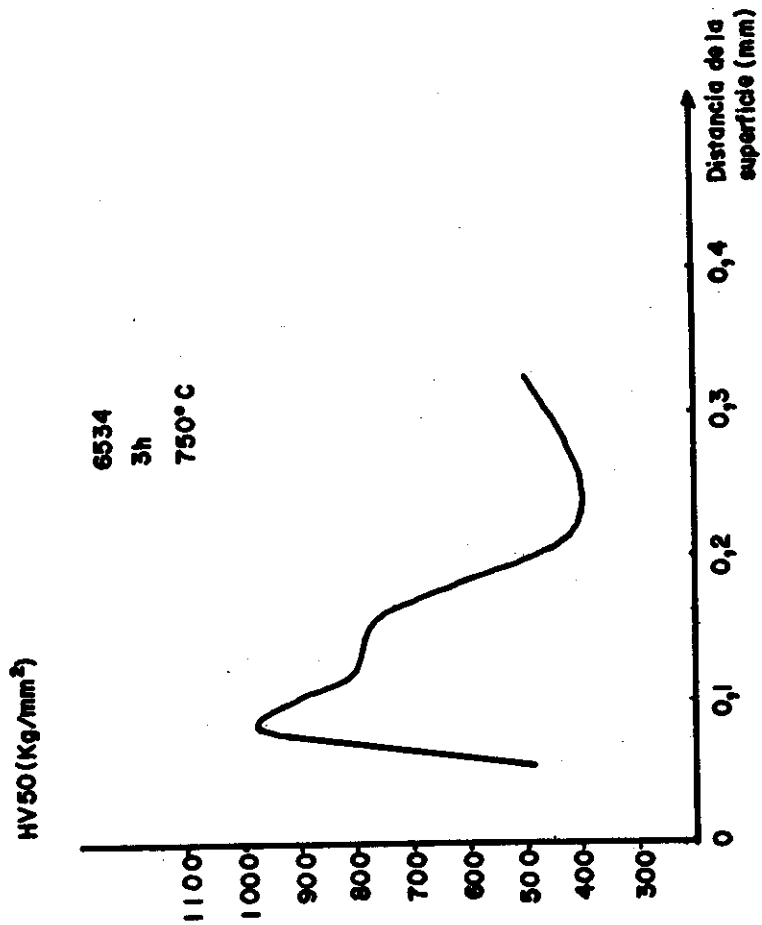


Fig. 4. Variación de la microdureza a partir de la superficie.

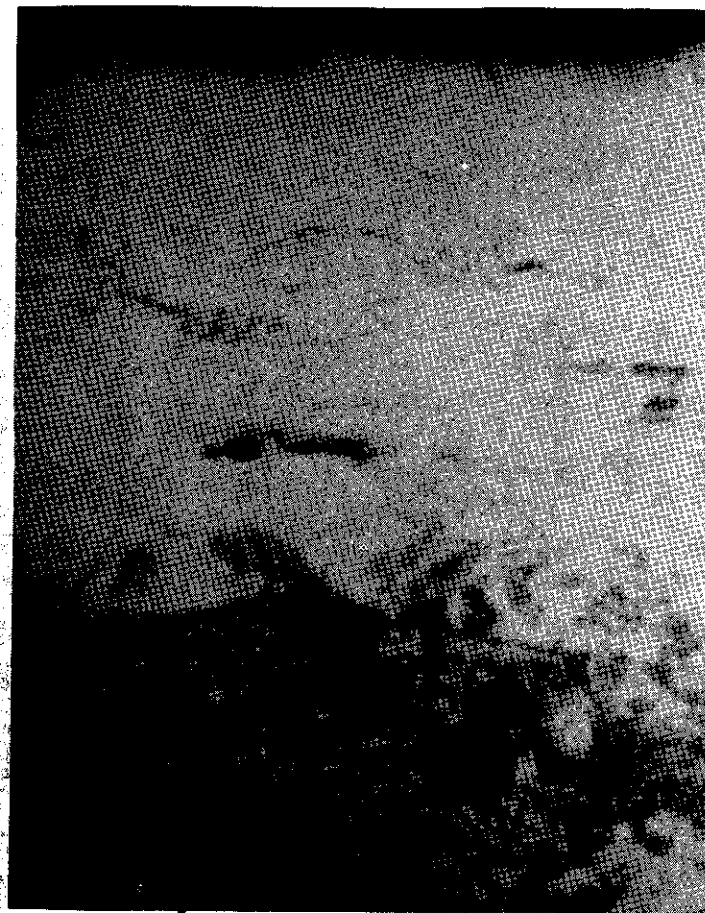


Fig. 5. 6534 3 horas 750°C Mn = 80X.

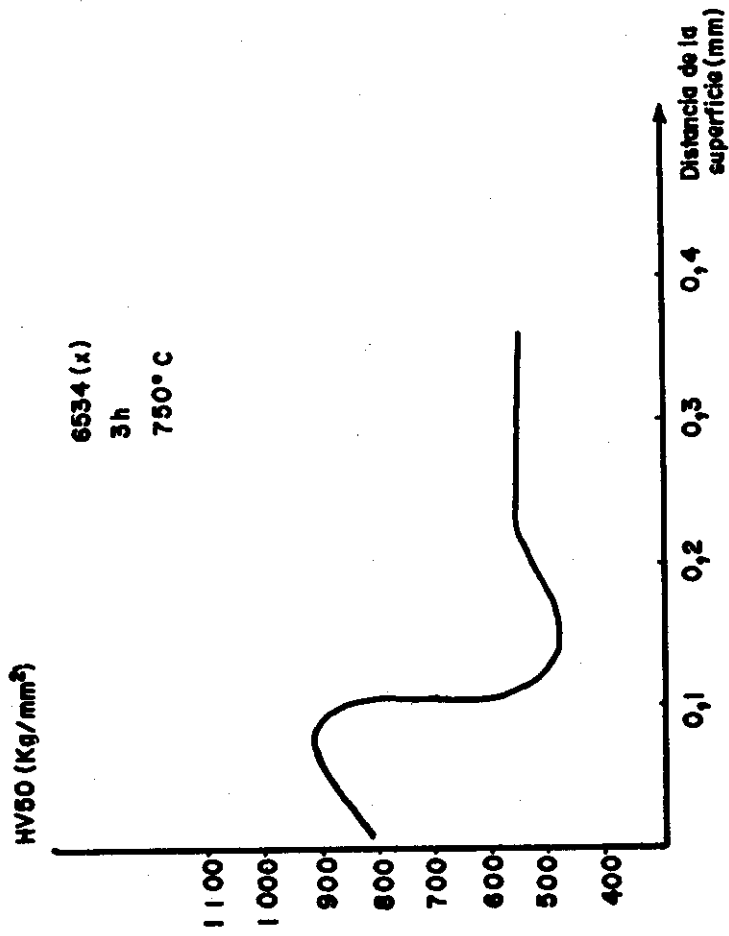


Fig. 6. Variación de la microdureza a partir de la superficie.



Fig. 7. 6534 (X) 3 horas 750°C Mn = 150M

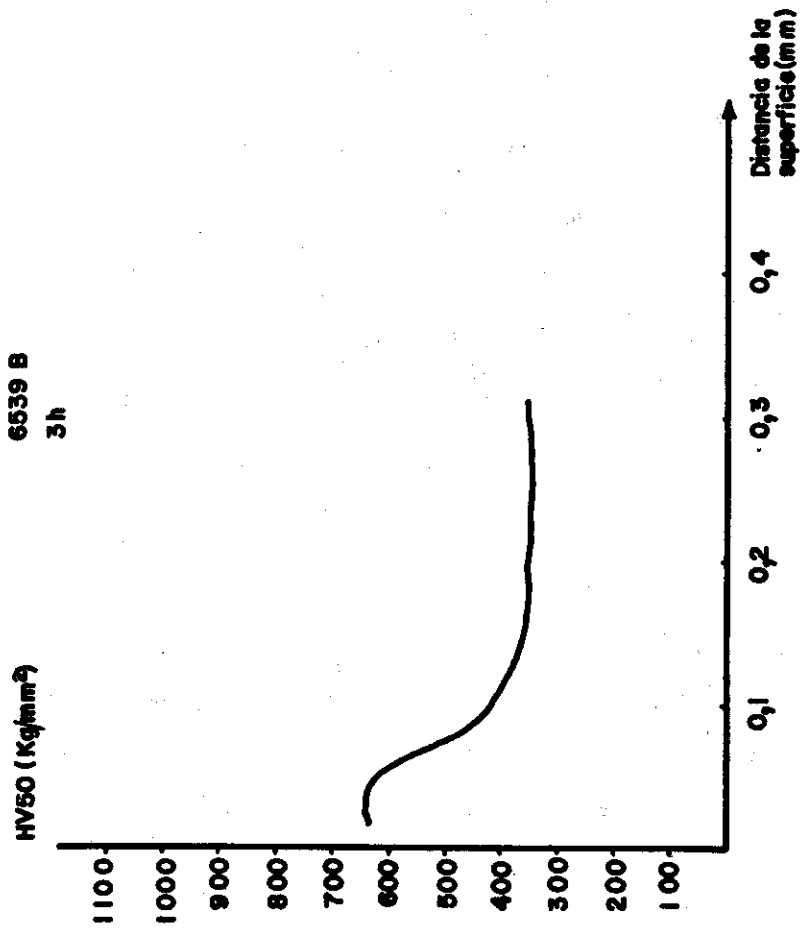


Fig. 8. Variación de la microdureza a partir de la superficie.



Fig. 9. 6539 3 horas 500°C Mn = 125X

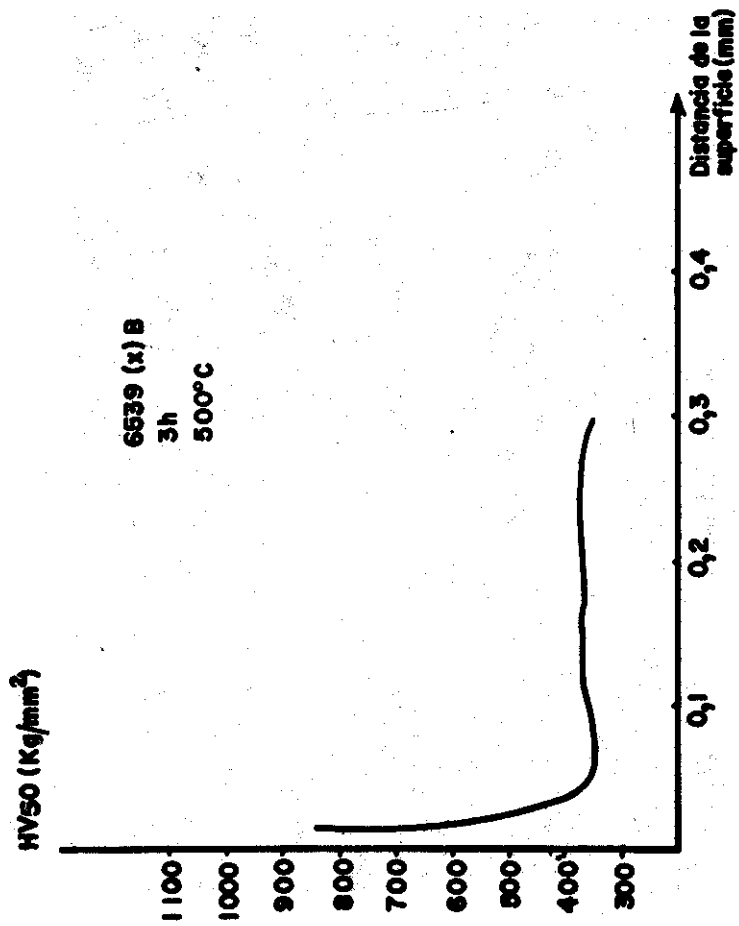


Fig. 10. Variación de la microdureza a partir de la superficie.



Fig. 11 6539(X) 3 horas 500°C Mn = 125X